



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

199 869

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 09 75
(21) PV 2129-77

(51) Int. Cl.³ G 01 N 7/06
G 01 N 31/08

(40) Zveřejněno 30 11 79
(45) Vydáno 30 08 82

(75)

Autor vynálezu FRANC JAROSLAV ing.CSc., PARDUBICE

(54) Zařízení k stanovení poměru uhlíku k dusíku plynovou chromatografií

1

Předmětem vynálezu je zařízení k stanovení poměru uhlíku k dusíku plynovou chromatografií.

Plynové chromatografie se v posledních letech používá i k elementární analýze organických látek, mezi jinými také ke zjištění obsahu dusíku. Elementární analýza jak je popisovaná hodí se však ke stanovení dusíku v jedné čisté látce. Pokud se k tomu použije plynová chromatografie postupuje se tak, že se látka nejprve spálí, spalné produkty se vedou přes chromatografickou kolonu, kde se rozdělí, detegují čidlem používané v plynové chromatografii a z velikosti signálu se určují jednotlivé elementy obsažené ve zkoumané organické látce. Metody se od sebe prakticky liší jen ve způsobu spalování organické látky. O stanovení dusíku elementární analýzou za použití plynové chromatografie je přehledná práce od N. S. Jevtušenka obsahující 38 citací. Pouze dva autoři popisují metodu na zjištění dusíku v látce teprve po rozdělení směsi plynovou chromatografií. Je to D.M. Coulson, který vyvinul speciální detektor na amoniak. Postupuje tak, že látku vycházející z chromatografické kolony hydrogenuje v proudu vodíku na nízkovém katalyzátoru a z dusíku obsaženého v molekule vzniklý amoniak deteguje speciálním kulometrickým detektorem, který vyvinul. Zaznamená se chromatogram, na kterém jsou jen píky odpovídající amoniaku. Látky bez dusíku se nezaznamenávají. Obdobu této metody publikoval R. L. Martin, který jen vyvinul speciální automatický titrátor na amoniak. V žádném případě se na chromatogramu nezaznamenává poměr C/N

u žádné s komponent vycházejících z chromatografické kolony.

Zařízení k stanovení poměru uhlíku k dusíku plynovou chromatografií podle tohoto vynálezu sestává z tlakové lahve, k níž je připojen sušič plynu, manostat a manometr, na který je dále připojena přes komůrky detektorů chromatografická kolona opatřená dávkovacím zařízením a spalovací píčka, přičemž mezi píčkou a první detektor je umístěn první absorbér a mezi oběma detektory je umístěn druhý absorbér a oba detektory jsou dále spojeny se zapisovačem.

Na připojeném výkrese je znázorněno zařízení podle vynálezu využívající plynové chromatografu. K tlakové lahvi 1 je připojen sušič 2 plynu, na který dále navazuje manostat 3 a manometr 4. Na manometr 4 je napojena přes srovnávací komůrky detektorů 7 a 8 chromatografická kolona 6, opatřená dávkovacím zařízením 5, dále spalovací píčka 9. Mezi píčkou 9 a prvním detektorem 7 je umístěn první absorbér 10 a mezi oba detektory 7 a 8 je vložen druhý absorbér 11. Detektory 7 a 8 jsou spojeny se zapisovačem 12. K detektoru 8 je dále připojen průtokoměr 13.

Funkce zařízení je následující : do proudu nosného plynu, v tomto případě helia, který se vede z tlakové lahve 1 přes sušič 2 plynu, manostat 3, manometr 4 a srovnávací komůrky detektorů 7 a 8, se dávkuje dávkovacím zařízením 5 s výhodou injekční stříkačkou, směs látek, které se na chromatografické kolně 6 rozdělí. Po rozdělení projdou čisté složky spalovací píčkou 9, která je naplněna vrstvou kysličníku měďnatého zahřátého na teplotu 750 až 840 °C. Na kysličníku měďnatém se každá složka spálí na kysličník uhličitý, vodu a popřípadě dusík. Pracuje-li se s látkami obsahujícími ještě halogen nebo síru, vkládá se do spalovací trubice ještě vrstva stříbra naneseného na pemze. Mezi spalovací píčkou 9 a první detektorem 7 je zapojen první absorbér 10 naplněný chloristanem hořečnatým, který ze směsi plynů absorbuje vodu, takže do prvního detektoru 7 vstupuje směs kysličníku uhličitého a dusíku. Druhý absorbér 11, který je umístěn mezi prvním detektorem 7 a druhým detektorem 8, je naplněn nátronovým asbestem a absorbuje kysličník uhličitý, takže druhý detektor 8 zaznamenává jenom množství dusíku, je-li tento přítomen. Signály z obou detektorů 7 a 8 se vedou na zapisovač 12-elektronický kompenzační milivoltmetr, který oba zaznamenává. Z poměru ploch vymezených chromatografickými vlnami náležejícími jednak kysličníku uhličitému a dusíku a jednak dusíku, lze vypočítat poměr uhlíku k dusíku. Ke kalibraci zařízení se použije známá organická látka, která se nadávkuje do chromatografu.

Zjištěný poměr uhlíku k dusíku se použije jednak pro identifikaci pík na chromatogramu a jednak pro zjištění elementárního složení příslušné komponenty.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Zařízení k stanovení poměru uhlíku k dusíku plynovou chromatografií tvořené tlakovou lahví, k níž je připojen sušič plynu, manostat a manometr, vyznačené tím, že k manometru (4) je připojena přes komůrky detektorů (7 a 8) chromatografická kolona (6), opatřená dávkovacím zařízením (5) a spalovací píčka (9), přičemž mezi píčkou (9) a první detektor (7)

je umístěn první absorbér (10), mezi oběma detektory (7 a 8) je umístěn druhý absorbér (11) a oba detektory (7 a 8) jsou spojeny se zapisovačem (12).

